

# SILICON SINTERED PRODUCT AND BOARD FORMED FROM THE SAME AND USED FOR HOLDING WAFER, SPATTERING TARGET AND SILICON WAFER

<b>Publication number:</b>	JP5229812 (A)	<b>Also published as:</b>
<b>Publication date:</b>	1993-09-07	 JP3342898 (B2)
<b>Inventor(s):</b>	SATO MICHIO; KOMATSU TORU; YAMANOBE TAKASHI; KUDO ISAO; FUKAZAWA MIHARU	
<b>Applicant(s):</b>	TOKYO SHIBAURA ELECTRIC CO	
<b>Classification:</b>		
<b>- International:</b>	C01B33/02; C04B35/628; C23C14/34; H01L21/203; H01L21/673; H01L21/68; C01B33/00; C04B35/626; C23C14/34; H01L21/02; H01L21/67; (IPC1-7): C01B33/02; C23C14/34; H01L21/203; H01L21/68	
<b>- European:</b>		
<b>Application number:</b>	JP19920313703 19921124	
<b>Priority number(s):</b>	JP19920313703 19921124; JP19910310977 19911126	

## Abstract of JP 5229812 (A)

**PURPOSE:** To provide a silicon sintered product having a high density, a high strength and excellent processability, and to provide a board for holding wafers and a spattering target, which can be produced from the sintered product at low costs in high raw material yields. **CONSTITUTION:** The silicon sintered product of this invention is characterized by being a silicon sintered product which is formed by compression-molding silicon powder heated within a temperature range of from 1200 deg.C to the melting point of the silicon under vacuum and subsequently sintering the molded product, and in which the crystal particle diameter of the sintered product is <=100μm. Boards for holding wafers, spattering targets and silicon wafers are formed from the silicon sintered product.

Data supplied from the [esp@cenet](mailto:esp@cenet) database — Worldwide

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-229812

(43)公開日 平成5年(1993)9月7日

(51)Int.Cl. <sup>v</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 01 B 33/02	Z	7038-4G		
C 23 C 14/34		8414-4K		
H 01 L 21/203	S	8422-4M		
21/68	T	8416-4M		

審査請求 未請求 請求項の数7(全 8 頁)

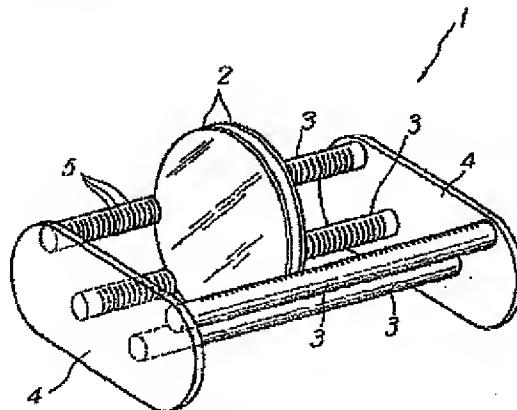
(21)出願番号	特願平4-313703	(71)出願人	000003078
(22)出願日	平成4年(1992)11月24日	株式会社東芝	神奈川県川崎市幸区堀川町72番地
(31)優先権主張番号	特願平3-310977	(72)発明者	佐藤 道雄 神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内
(32)優先日	平3(1991)11月26日	(72)発明者	小松 透 神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内
(33)優先権主張国	日本 (JP)	(72)発明者	山野辺 尚 神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内
		(74)代理人	弁理士 波多野 久 (外1名)
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 硅素焼結体およびこれを用いて形成したウェハ保持用ボード、スパッタリングターゲットおよびシリコンウェハ

(57)【要約】

【目的】本発明の目的は、高密度で強度が高く、加工性が優れた硅素焼結体、およびこの焼結体を用い、高い原料歩留りで安価に製造することができるウェハ保持用ボード及びスパッタリングターゲットを提供することにある。

【構成】本発明に係る硅素焼結体は、減圧下で1200°C以上硅素の融点未満の温度範囲で加熱した硅素粉末を圧縮成形し焼成して形成した硅素焼結体であり、焼結体の結晶粒径を100μm以下に設定したことを特徴とする。ウェハ保持用ボード、スパッタリングターゲットおよびシリコンウェハは、それぞれ上記硅素焼結体から形成される。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 減圧下で1200°C以上硅素の融点未満の温度範囲で加熱して脱酸した硅素粉末を圧縮成形し焼成して形成した硅素焼結体であり、焼結体の結晶粒径を100μm以下に設定したことを特徴とする硅素焼結体。

【請求項2】 CVD製法によって調製した硅素粉末を減圧下で1200°C以上硅素の融点未満の温度範囲で加熱して酸素および不純物を除去した原料硅素粉末を圧縮成形し焼成した硅素焼結体であり、密度が99%以上であり、炭素含有量が300ppm以下であることを特徴とする硅素焼結体。

【請求項3】 請求項1または2記載の硅素焼結体から形成されたことを特徴とするウェハ保持用ボード。

【請求項4】 硅素焼結体に含有されるFe, Ni, Cr, Co, Mn, Al, Cu, Na, K, U, Thの総含有量を10ppm以下に設定したことを特徴とする請求項3記載のウェハ保持用ボード。

【請求項5】 請求項1または2記載の硅素焼結体から形成されたことを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項6】 請求項2記載の硅素焼結体から形成されたことを特徴とするシリコンウェハ。

【請求項7】 硅素焼結体に含有されるFe, Ni, Cr, Co, Mn, Al, Cu, Zn, Mg, Ca, NaおよびKの各元素の含有量が0.5ppm以下であり、UおよびThの各元素の含有量が0.0005ppm以下に設定したことを特徴とする請求項6記載のシリコンウェハ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は硅素焼結体およびこの焼結体を用いて形成されたウェハ保持用ボード、スパッタリングターゲットおよびシリコンウェハに係り、特に高密度で強度が高く、加工性が優れた硅素焼結体、およびこの焼結体を用い、高い原料歩留りで安価に製造することが可能なウェハ保持用ボード、スパッタリングターゲットおよびシリコンウェハに関する。

## 【0002】

【従来の技術】 半導体製造工程においては、円柱状の単結晶シリコンを薄く切断して表面を高度にポリッキング加工して鏡面仕上げを施したシリコンウェハが広く使用されており、このシリコンウェハ表面に各種回路を焼き付けるなどの微細加工を施してIC(集積回路)が形成されている。上記円柱状の単結晶シリコンは自然状態では多結晶になっているシリコン固体を溶解し、その中に種となる小さな単結晶を挿入し、大きな単結晶に成長させる、いわゆる単結晶引上げ法によって一般に製造される。近年、単結晶化技術の進歩により、単結晶シリコンの直径も6インチから8インチへさらに增大化が図ら

れているが、高度の結晶化技術を要するため、未だ製造コストが高い上に強度が低い難点がある。

【0003】 また半導体製造工程においては、複数の半導体ウェハ(シリコンウェハ)を保持し、全てのウェハに対して同時に酸化、拡散等の熱処理を行うための治具として、複数のウェハを保持する各種の形式のウェハ保持用ボードが使用されている。

【0004】 図1は横型のウェハ保持用ボードの構成例を示す斜視図である。このウェハ保持用ボード1は、円板状の半導体ウェハ2の外周縁を受けてウェハ2を直立して載置するための複数本の支持ロッド3を、対向配置された1対の支板4、4に溶着して構成される。各支持ロッド3には半導体ウェハ2の外周縁を嵌入させる保持溝5が多数刻設される。

【0005】 また図2は縦型CVD装置内に複数の半導体ウェハ2を収容し保持するための、縦型のウェハ保持用ボード1aの構成例を示す斜視図である。このウェハ保持用ボード1aは、有底筒体6を2つ割りにして形成した1対のカバー要素6a、6bを着脱自在に設け、各カバー要素6a、6bの内面軸方向にウェハ支持材7を配設して形成される。各ウェハ支持材7には、各ウェハ2の外周縁部を水平位置で保持するための多数の突起8が配設されている。各カバー要素6a、6bの縦方向にはスリット状の反応ガス導入孔9が穿設されており、有底筒体6は支柱10上に固定される。

【0006】 処理対象となる多数のウェハ2はウェハ支持材7に支持され、有底筒体6によって被われた後に、ウェハ保持用ボード1aはCVD装置の炉内に搬入される。炉内に導入された反応ガスは反応ガス導入孔9より流入して各ウェハ2にCVD膜が生成される。

【0007】 従来上記のようなウェハ保持用ボード等の各種治具は、一般に石英ガラスで形成されたものが使用されていた。しかしながら熱処理温度が1100°C以上の高温になる場合や、熱処理時間が長くなる場合には、石英ガラスが熱で軟化し、ボード全体に形状変化を生じ、繰返して使用することが困難であった。

【0008】 この対策として、より高温強度に優れた耐熱性SiC製ボードやSi製ボードも使用されている。しかしながら耐熱性SiC製ボードの場合においては、石英と比較してSiC原料の純度が低いため、熱処理時に揮散する不純物によってウェハが汚染され易い。そのため低純度のSiCで形成したボード本体の外表面にさらにCVDによって高純度のSiC膜を形成することが必須となり、製造コストが高騰する問題点がある。またSiCは、石英と比較して加工性が悪いため、複雑形状を有するウェハ保持用ボードを製作することが困難であるとともに、破損した場合の補修再生が困難であり、また石英製ボードと比べて高価であるという欠点がある。

【0009】 一方耐熱性Si製ボードの原材料としては、気相成長法(CVD製法)や溶解多結晶鋳造法によ

って形成した多結晶ポリシリコン (Poly-Si) ブロックや単結晶引上げ法によって形成した単結晶シリコンが一般に使用されている。

## 【0010】

【発明が解決しようとする課題】しかしながらポリシリコンブロックおよび単結晶シリコンは、素材形状がいずれも円柱状であり、この円柱状素材から矩形の材料を切り出し研削してウェハ保持用ボードおよびシリコンウェハを構成する材料を調製することは、素材の外周縁部は無駄に廃棄されることになり、高価な原料に対する製品材料の歩留りが低くなり極めて不経済となる欠点がある。

【0011】加えて、ポリシリコンおよび単結晶シリコンは、いずれも結晶方位による異方性が顕著であるため、石英と比較して加工性が悪く、複雑な形状を有する製品の製作が困難であり、かつ機械的強度が低く、クラックやチッピングが生じ易く折損し易い問題点があり、最終的な加工歩留りも低い欠点がある。

【0012】ところで上記のようなポリシリコンブロックや単結晶シリコンを材料とする半導体製造装置の構成部品例としてスパッタリング装置のターゲットがある。スパッタリング法は放電により生成したArなどの不活性ガスイオンを電界で加速し、ターゲットに衝突させ、これにより放出されたターゲット構成原子を基板上に堆積させる成膜方法である。代表的な使用例として、SiO<sub>2</sub> やSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 製の半導体表面保護膜を形成するためには、Si製のスパッタリングターゲットに、リアクティブガスとして、O<sub>2</sub> やN<sub>2</sub> を作用させた直流(DC) 二極スパッタリング装置や高周波(RF) スパッタリング装置がある。

【0013】近年、成膜効率をより高めるために、従来汎用のSiスパッタリングターゲットより、さらに大きな寸法を有するターゲット、例えば縦寸法が125～150mm、横寸法が300～400mmに及ぶ矩形や円板状の大型のSiターゲットも要求されている。

【0014】しかしながら、単結晶シリコンやポリシリコンブロックの原材料の製造限界寸法が未だ小さいため、大型のSiスパッタリングターゲットを得るために、従来は原材料から切り出した複数の小型切片を互いに接合して加工するという煩雑な加工操作が必要であり、さらに前述のウェハ保持用ボードを製作する場合と同様な問題点がある。加えて、切片の切り出しに要する時間、加工操作途中におけるかけの発生による製品歩留りの低下、接合部におけるスパッタリング速度の不均一等の問題点を含めて評価すると、質的およびコスト的にも未だ改善の余地が大きい現状である。

【0015】本発明は上記の問題点を解決するためになされたものであり、高密度で強度が高く、加工性が優れた硅素焼結体およびこの焼結体を用い、高い原料歩留りで安価に製造することが可能なウェハ保持用ボード、ス

パッタリングターゲットおよびシリコンウェハを提供することを目的とする。

## 【0016】

【課題を解決するための手段と作用】本願発明者は、上記目的を達成するため、銳意研究を重ねた。本来、硅素(Si) は共有結合性を有し、難焼結材料とされており、硅素粉末を単独で高密度に焼結するためには、例えば数万気圧という超高圧の加圧操作を要するため、一般に硅素焼結体を用いて前記ウェハ保持用ボードやスパッタリングターゲットやシリコンウェハを形成することは考慮されていなかった。そのため圓形Si材料としては、前記のようなポリシリコンや単結晶シリコンが使用されていた。

【0017】しかしながら本願発明者は、さらに実験研究を繰り返した結果硅素粉末原料を真空中において所定温度で加熱処理して酸素および不純物を除去した後に成形焼成することにより、高強度で加工性に優れた優れたSi焼結体が得られるという知見を得た。特に上記硅素粉末原料として、気相成長法(CVD製法) によって調整した高純度硅素粉末を使用し、この硅素粉末を同様に加熱して脱酸し、しかし後に成形焼成することにより、酸素含有量が少なく高密度の硅素焼結体が得られるという知見も得た。本発明は上記知見に基づいて完成されたものである。

【0018】すなわち本発明に係る硅素焼結体は、減圧下で1200℃以上硅素の融点未満の温度範囲で加熱した硅素粉末を圧縮成形し焼成して形成した硅素焼結体であり、焼結体の結晶粒径を100μm以下に設定したことを特徴とする。

【0019】またCVD製法によって調製した硅素粉末を減圧下で1200℃以上硅素の融点未満の温度範囲で加熱して酸素および不純物を除去した原料硅素粉末を圧縮成形し焼成した硅素焼結体であり、密度が99%以上であり、酸素含有量が300ppm以下に設定してもよい。

【0020】また本発明に係るウェハ保持用ボード、スパッタリングターゲットおよびシリコンウェハは上記硅素焼結体から形成することを特徴とする。

【0021】使用される硅素粉末は粗大なポリシリコンや単結晶シリコンから所要の材料を切り出した残りの廃材や端材を、通常のボールミル、振動ミル、ジェットミル等で粉碎して調製することができる。

【0022】特にCVD製法に基づきシラン(SiH<sub>4</sub>) の熱分解反応(SiH<sub>4</sub> → Si + 2H<sub>2</sub>) によって形成された粒状のSi粉末を分級して粒径30μm以下の微細Si粉末を得て、この微細Si粉末を成形焼成することにより、任意のサイズのボード、スパッタリングターゲットおよびシリコンウェハを調製することができる。粒径を30μm以下とすることにより、得られる焼結体の結晶粒径を小さくし、密度の向上を図ることが

でき、さらに機械的強度の向上や加工時のチッピング等の問題を起こさず加工性の向上を図ることができる。

【0023】ところで上記微細S-I粉末は、単結晶引上げ法において使用する粒径2~3μmの種結晶粒をCVD製法によって生産する際に副製物として多量に産出される。このCVD製法によって副製された安価で高純度の微細S-I粉末を利用して上記ウェハ保持ボード、ターゲット、シリコンウェハを製造することにより、S-I原料粉末の利用率を大幅に高めることができる。特に上記S-I粉末を加熱脱酸後、成形焼成して得たシリコンウェハは高密度で酸素等の不純物を低減されており、ほぼ単結晶シリコン製の正規のウェハに準じる特性を有している。したがって正規の半導体回路基板として使用できない場合においても、評価用回路基板の製造時に使用されるダミーウェハとして好適である。

【0024】加熱操作は真空中に近い減圧条件下で1200°Cから硅素の融点未満の温度範囲で1~5時間行うとよい。加熱温度が1200°C未満の場合には硅素粉末原料表面に存在する酸素や不純物元素を揮散させて低減することが困難になる。その結果、焼結時に残存している酸素がバリアとして働き焼結を阻害し、その結果、焼結体の密度が低下してしまう。一方加熱温度の上限は硅素の融点(1420°C)によって制限される。

【0025】また加熱処理時の雰囲気の真空度は、不純物や酸素の揮散を促進するために可及的に低い方が有利であるが、実用上10<sup>-4</sup>~10<sup>-5</sup>Torrの範囲に設定すれば充分である。上記加熱処理によって、焼結体特性を低下させる各種不純物が除去され、また焼結性を阻害する酸素量が300ppm以下となり、焼結体の密度は99%以上になる。

【0026】また焼結体の結晶粒径は、硅素粉末の粒径に対応するものであり、形成した焼結体の加工性に大きな影響を及ぼすものである。本願発明の硅素焼結体の結晶粒径は100μm以下に設定される。結晶粒径が100μmを超える場合には、結晶方位の異方性が顕著になり、焼結体の加工性が低下してしまうからである。特に上記硅素焼結体にてシリコンウェハを形成する場合には、結晶粒径は30μm以下に設定するとよい。

【0027】さらに圧縮成形時の加圧力は150~500kg/cm<sup>2</sup>、焼成時の温度時間は、加熱操作条件と同様に、それぞれ1200~1400°C、1~5時間程度でよい。なお上記加熱操作、圧縮成形操作および焼成操作を、通常のホットプレス装置を使用して、原料硅素粉末を装置系外に取り出すことなく連続的に実施することによって、より高品質の硅素焼結体を効率的に製造することができる。

【0028】また本発明に係るウェハ保持用ボードは、その構成要素を上記硅素焼結体にて最終形状に近い形状(Near Net Shape)に形成し、機械仕上げした後に、それらの構成要素を組立て、相互に溶着して形成され

る。

【0029】特にウェハ保持用ボードの構成材として、上記硅素焼結体を使用する場合には、加熱処理時に硅素焼結体から揮散するFe, Ni, Cr, Co, Mn, Al, Cu, Na, K, U, Thなどの不純物がウェハに付着して汚染(コンタミネーション)することを防止するため、硅素焼結体中に含有される上記不純物の総含有量は10ppm以下、望ましくは5ppm以下に設定するとよい。

【0030】またシリコンウェハの構成材として、上記硅素焼結体を使用する場合には、集積回路に与える影響を回避するため、硅素焼結体に含有されるFe, Ni, Cr, Co, Mn, Al, Cu, Zn, Mg, Ca, NaおよびKの各元素の含有量は0.5ppm以下、好ましくは0.1ppm以下、さらに好ましくは0.05ppm以下に設定するとよい。またウラン(U)およびトリウム(Th)からの放射線によって集積回路に誤動作を生じる、いわゆるソフトエラー現象を防止するため、硅素焼結体に含有されるUおよびThの各元素の含有量は0.0005ppm以下に設定するとよい。

【0031】さらに本発明に係るS-Iスパッタリングターゲットおよびシリコンウェハは、上記硅素焼結体から形成することにより、従来のような切り出し加工や切断加工、接合加工等を必要とせず、直接大型のターゲットおよびシリコンウェハを製造することができる。ターゲットまたはシリコンウェハを構成する硅素焼結体は各結晶粒が小さく、かつ結晶方位がランダムであるため、従来のような方位異方性が発現することが少ない。そのため機械加工時にクラックやチッピングの発生もほとんどなく、加工工程における歩留りも大幅に改善することができる。

【0032】また本発明において使用する硅素粉末としては、LSI用のS-Iウェハの不良品やウェハ製作途上で発生するS-I端材を粉碎したもの、および単結晶シリコン引上げ時に使用する種結晶粒をCVD製法により製造する際に多量に副製される高純度のS-I粉末を再利用することが可能であり、硅素原料の材料歩留りを大幅に向上させることができ、資源の有効活用にもつながる。

【0033】

【実施例】次に本発明の一実施例について、より具体的に説明する。

【0034】実施例1

LSI形成用S-Iウェハを切り出した高純度ポリシリコンブロックの端材を、高純度S-Iを内張りしたポットミル中に回装してミルを回転させ、ポリシリコンブロックの端材同士の衝突、または端材と内張りしたS-Iとの衝突等によって、端材を粉碎し、平均粒径が5μmである高純度硅素粉末を調製した。

【0035】次に離型剤を塗布した黒鉛製成形型を有するホットプレス装置の成形型に上記調製した硅素粉末を

充填するとともに、雰囲気の真空度を  $10^{-4}$  Torr に調整した後に、温度  $1320^{\circ}\text{C}$  で 4 時間加熱処理を実施し付着酸素および不純物を揮散させた後に、加圧力  $250\text{kg}/\text{cm}^2$  を作用させると同時に、温度  $1320^{\circ}\text{C}$  で 4 時間硅素粉末を焼成し、実施例 1 の硅素焼結体を多数形成した。

**【0036】比較例 1**

一方、比較例 1 として、実施例 1 において、粉碎して調製した硅素粉末を使用し、加熱処理を実施しない点を除き、実施例 1 と同一条件で硅素粉末を圧縮成形すると同時に焼成して、実施例 1 と同一寸法の硅素焼結体を多数調製した。

**【0037】比較例 2**

一方比較例 2 として実施例 1 において粉碎して調製した硅素粉末を使用し、ホットプレス装置内に通常圧の Ar ガスを封入した点を除き、実施例 1 と同一条件で硅素粉末を加熱処理し、圧縮成形すると同時に焼成して実施例 1 と同一寸法の硅素焼結体を多数調製した。

**【0038】こうして得られた実施例 1 および比較例 1**

～2 の各硅素焼結体の相対密度を測定するとともに、元素分析試験を行い、不純物として含有される Fe, N, I, Cr, Co, Mn, Al, Cu, Na, K, U, Th の総含有量を測定し、下記表 1 に示す結果を得た。

**【0039】**

【表1】

試 料	相 対 密 度 (%)	不 純 物 の 総 含 有 量 (ppm)
実施例 1	75	7.6
比較例 1	62	22.0
比較例 2	60	25.0

【0040】表 1 に示す結果から明らかなように、実施例 1 の硅素焼結体によれば加熱処理によって、酸素や不純物が効果的に低減されているため、焼結性が優れており、相対密度も高くなり高強度の焼結体が得られることが判明する。一方、加熱処理を実施しない場合（比較例

1）および雰囲気を減圧しない場合（比較例 2）においては、いずれも酸素や不純物の揮散が充分ではないため、低強度の焼結体しか得られていない。

**【0041】実施例 2**

実施例 2 として図 1 に示すウェハ保持用ボード 1 の各構成部品を、実施例 1 に示した製法を使用して最終形状に近い形状の硅素焼結体として調製し、さらにウェハ保持用の保持溝 5 等を切断または研削加工によって形成した後に組立てることにより、最終的に図 1 に示すような、ウェハ保持用ボード 1 を多数製作した。

**【0042】比較例 3**

一方、比較例 3 として、円柱状の単結晶シリコンから各構成部品を切り出し、研削研磨加工を施した後に、各構成部品を組立て、最終的に実施例 2 と同一寸法を有するウェハ保持用ボードを多数製作した。

**【0043】比較例 4**

一方、比較例 4 として、気相成長法によってブロック状に形成したポリシリコンから、比較例 3 と同様に各構成部品を切り出して、実施例 2 と同一寸法のウェハ保持用ボードを多数製作した。

【0044】こうして製作した実施例 2、比較例 3～4 の各ウェハ保持用ボードについて、切断研削加工工程におけるチッピングやコーナー部の損傷や欠けの発生数を集計して、最終的に欠陥がないボード数の割合を製品歩留りとして算出するとともに、製造工程に投入した全素材 Si 重量に対する製品重量の割合を材料歩留りとして算出した。

【0045】また実施例 2 については、硅素粉末の調製から加熱処理、圧縮成形、焼成操作を経てウェハ保持用ボードとして組立てが完了するまでに要する作業工数を集計する一方、比較例 3～4 については、それぞれ単結晶シリコン、ポリシリコンから各構成部材を切り出し、最終的にウェハ保持用ボードとして組立が完了するまでに要する作業工数を集計して、ボードの製造工数を比較した。なお製造工数は実施例 2 の場合を基準（100）として相対値で示した。

【0046】以上の測定評価結果を下記表 2 に示す。

**【0047】**

【表2】

試 料	製品歩留り [%]	材料歩留り [%]	製 造 工 数 [—]
実施例 2	98	99	100
比較例 3	80	70	350
比較例 4	75	68	380

【0048】表2に示す結果から明らかなように、実施例2によれば、硅素焼結体に結晶方位の異方性が少ないため加工性が極めて優れており、切断研削加工を実施してもチッピングや角部の欠けなどが少なく、高い歩留りで高品質のボードを形成することができる。特に廃材を粉化して焼結体原料としているため、材料歩留りが極めて高く経済的である。

【0049】一方比較例3～4においては、原料素材からの切り出し作業に多大な作業工数を要し、切り出し後に端材が多量に発生するため製造コストが高くなつた。

#### 【0050】実施例3および比較例5

次に実施例2および比較例3と同一の条件で縦150mm、横400mm、厚さ5mmの寸法を有する実施例3および比較例5の大型Siスパッタリングターゲットを製造し、各場合における製造工数および材料歩留りを比較したところ、実施例2のSiスパッタリングターゲットの製造工数は比較例3の1/3程度に低減される一方、材料歩留りは30%程度改善され、ターゲットの製造コストを大幅に低減できることが実証された。

【0051】なお、単結晶シリコンから切り出して形成された高純度のSiスパッタリングターゲットは電気抵抗値が小さいため、高周波(RF)スパッタリング装置で使用しないとスパッタリングが困難とされており、加えて、高周波スパッタリング装置自体の設備費が高額であり、スパッタレートも遅いという欠点がある。

【0052】しかしながら本実施例のように焼結法によって形成されるスパッタリングターゲットにおいては、焼結体中にPやBなどをドープさせ、抵抗値を高めることも容易である。そのため直流電圧によっても容易にスパッタリングが可能となり、高周波(RF)スパッタリング装置と比べて設備費が安く、スパッタレートが格段に高い直流(DC)二極スパッタリング装置や直流マグネットロンスパッタリング装置に、本実施例の硅素焼結体製スパッタリングターゲットを適用することも可能になる。その結果、成膜操作を主体とする半導体製品の生産性を飛躍的に向上させることが可能となる。

#### 【0053】実施例4

SiH<sub>4</sub>を原料ガスとしてCVD法によりSi粉末を製造した後、分級して30μm以下の硅素粉末を得た。次に離型剤を塗布した黒鉛製成形型を有するホットプレス装置の成形型に上記調製した硅素粉末を充填するとともに、雰囲気の真空度を10<sup>-4</sup>Torrに調整した後に、温度1320°Cで4時間加熱処理を実施した後に、加圧力250kg/cm<sup>2</sup>を作用させると同時に、温度1320°Cで4時間硅素粉末を焼成し、実施例4の硅素焼結体を多数形成した。

#### 【0054】比較例6

一方、比較例6として、実施例4において、CVD法にて調製した硅素粉末を使用し、加熱処理を実施しない点を除き、実施例4と同一条件で硅素粉末を圧縮成形する

と同時に焼成して、実施例4と同一寸法の硅素焼結体を多数調製した。

#### 【0055】比較例7

一方比較例7として実施例4においてCVD法にて調製した硅素粉末を使用し、ホットプレス装置内に通常圧のArガスを封入した点を除き、実施例4と同一条件で硅素粉末を加熱処理し、圧縮成形すると同時に焼成して実施例4と同一寸法の硅素焼結体を多数調製した。

【0056】こうして得られた実施例4および比較例6～7の各硅素焼結体の相対密度を測定するとともに、元素分析試験を行い、不純物として含有されるFe、Ni、Cr、Co、Mn、Al、Cu、Na、K、U、Thの総含有量を測定し、下記表1に示す結果を得た。

#### 【0057】

##### 【表3】

試 料	相 対 密 度 (%)	不純物の総含有量 (ppm)
実施例4	99.5	3.2
比較例6	72	18
比較例7	70	20

【0058】表3に示す結果から明らかなように、実施例4の硅素焼結体によれば加熱処理によって、酸素や不純物が効果的に低減されているため、焼結性が優れており、相対密度も高くなり高強度の焼結体が得られることが判明する。一方、加熱処理を実施しない場合(比較例6)および雰囲気を減圧しない場合(比較例7)においては、いずれも酸素や不純物の揮散が充分ではないため、低強度の焼結体しか得られていない。

#### 【0059】実施例5

実施例5として、実施例4に示した製法を使用して円柱状の硅素焼結体として調製し、得られた硅素焼結体を切断または研削加工した後に、さらにポリッシング加工して8インチ用のシリコンウェハを多数製作した。

#### 【0060】比較例8

一方、比較例8として、円柱状の単結晶シリコンから各構成部品を切り出し、研削研磨加工を施して最終的に実施例5と同一寸法を有するシリコンウェハを多数製作した。

#### 【0061】比較例9

一方、比較例9として、気相成長法によってブロック状に形成したポリシリコンから、比較例8と同様に各構成部品を切り出して、実施例5と同一寸法のシリコンウェハを多数製作した。

【0062】こうして製作した実施例5、比較例8～9の各シリコンウェハについて、切断研削加工工程における

るチッピングやコーナー部の損傷や欠けの発生数を集計して、最終的に欠陥がないウェハの割合を製品歩留りとして算出するとともに、製造工程に投入した全素材Si重量に対する製品重量の割合を材料歩留りとして算出した。

【0063】また実施例5については、硅素粉末の調製から加熱処理、圧縮成形、焼成操作を経てシリコンウェハが完成するまでに要する作業工数を集計する一方、比較例8～9については、それぞれ単結晶シリコン、ポリ

試 料	製品歩留り [%]	材料歩留り [%]	製 造 工 数 [-]
実施例5	95	96	100
比較例8	78	68	330
比較例9	73	65	370

【0066】表4に示す結果から明らかのように、実施例5によれば、硅素焼結体に結晶方位の異方性が少ないため加工性が極めて優れており、切断研削および研磨加工を実施してもチッピングや角部の欠けなどが少なく、高い歩留りで高品質のシリコンウェハを形成することができる。特に廃材をそのまま焼結体原料としているため、材料歩留りが極めて高く経済的である。

【0067】一方比較例8～9においては、原料素材からの切り出し作業に多大な作業工数を要し、切り出し後に端材が多量に発生するため製造コストが高くなる。

【0068】以上の実施例においては、硅素焼結体を、ウェハ保持用ボード、Siバッタリングターゲットおよびシリコンウェハに適用した例で示しているが、その用途対象は上記実施例に限定されず、例えば各種セラミック成形体の焼成用容器、機械構造用部品の材料として使用することも可能である。

【0069】

【発明の効果】以上説明の通り、本発明に係る硅素焼結体によれば、加熱処理により焼結を阻害する酸素や、汚染を引きずる不純物を低減しているため高強度の焼結体を得ることができる。また結晶粒が小さく、かつ結晶方位がランダムであるため、異方性の発現が少なく、加工性が極めて優れる。

シリコンから各構成部材を切り出し、最終的にシリコンウェハとして組立が完了するまでに要する作業工数を集計して、ウェハの製造工数を比較した。なお製造工数は実施例5の場合を基準(100)として相対値で示した。

【0064】以上の測定評価結果を下記表4に示す。

【0065】

【表4】

【0070】従ってこの硅素焼結体でウェハ保持用ボードやスパッタリングターゲットやシリコンウェハを形成した場合には、機械加工時にクラックやチッピングを生じることがなく、加工歩留りを大幅に向上させることができる。また硅素焼結体は、使用製品の最終形状に近い形状に形成することができるため、材料歩留りも大幅に改善することができる。

【図面の簡単な説明】

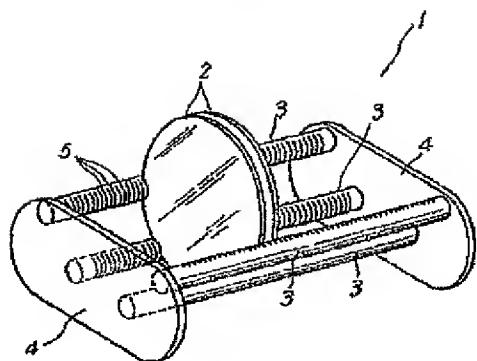
【図1】横型のウェハ保持用ボードの構成例を示す斜視図。

【図2】縦型のウェハ保持用ボードの構成例を示す斜視図。

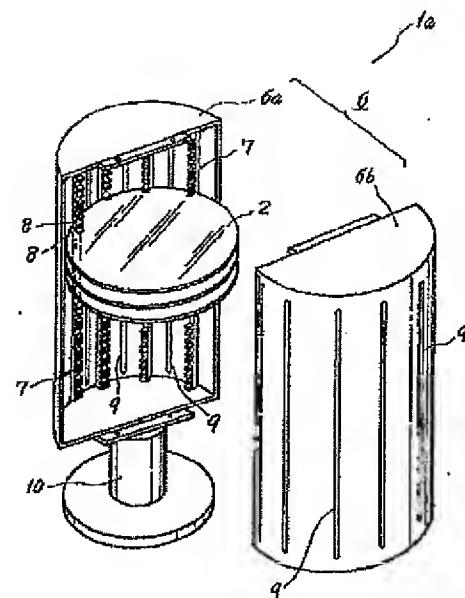
【符号の説明】

- 1, 1a ウェハ保持用ボード
- 2 半導体ウェハ(シリコンウェハ)
- 3 支持ロッド
- 4 支板
- 5 保持溝
- 6 有底筒体
- 7 ウェハ支持材
- 8 突起
- 9 反応ガス導入孔
- 10 支柱

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 工藤 功  
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株  
式会社東芝横浜事業所内

(72)発明者 深沢 美治  
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株  
式会社東芝横浜事業所内

Japanese Patent Application Laid-Open No.5-229812

Published on September 7, 1993

(Partial Translation)

\*Patent Application No.4-313703 filed on November 24, 1992

\*Priority Application No.3-310977 filed on November 26, 1991 (Japan)

\*Applicant: TOSHIBA CORPORATION

[Title of the Invention]

SILICON SINTERED BODY, AND WEFER HOLDING BOARD, SPATTERING TARGET AND SILICON WAFER, FORMED BY USE OF THE SAME

[Abstract]

[Purpose] An object of the present invention is to provide a silicon sintered body having a high density, a high strength and an excellent processability, and a wafer holding board and a sputtering target, which can be manufactured at low cost in high raw material yields by use of this silicon sintered body.

[Constitution] A silicon sintered body according to the present invention is formed by compression-molding silicon powders heated within a temperature range from not less than 1200°C to less than a melting point of the silicon at a reduced pressure and by subsequently sintering the molded silicon, characterized in that a crystal particle size of the silicon sintered body is set to be not more than 100  $\mu\text{m}$ . A wafer holding board, a sputtering target and a silicon wafer are respectively formed from the silicon sintered body.

[Scope of Claims]

[Claim 1] A silicon sintered body formed by compression-molding silicon powders heated and deoxidized within a temperature range from not less than 1200°C to less than a melting point of the silicon at a reduced pressure, and by subsequently sintering the molded silicon, characterized in that

a crystal particle size of the silicon sintered body is set to be not more than 100  $\mu\text{m}$ .

[Claim 2] A silicon sintered body formed by compression-molding raw-silicon powders and by subsequently sintering the molded silicon, the raw-silicon

powders being obtained by heating silicon powders prepared by CVD method within a temperature range from not less than 1200°C to less than a melting point of the silicon at a reduced pressure and removing oxygen and impurities, characterized in that,

a density is not less than 99 % and a contained amount of oxygen is not more than 300 ppm.

[Claim 3] A wafer holding board, characterized by  
being formed from the silicon sintered body as set forth in claim 1 or 2.

[Claim 4] The wafer holding board as set forth in claim 3, characterized in that  
a total contained amount of Fe, Ni, Cr, Co, Mn, Al, Cu, Na, K, U, Th contained in the silicon sintered body is set to be not more than 10 ppm.

[Claim 5] A sputtering target, characterized by  
being formed from the silicon sintered body as set forth in claim 1 or 2.

[Claim 6] A silicon wafer, characterized by  
being formed from the silicon sintered body as set forth in claim 1 or 2.

[Claim 7] The silicon wafer as set forth in claim 6, characterized in that  
contained amount of each element of Fe, Ni, Cr, Co, Mn, Al, Cu, Zn, Mg, Ca, Na and K contained in the silicon sintered body is set to be not more than 0.5 ppm, and that  
a contained amount of each element of U and Th contained in the silicon sintered body is set to be not more than 0.0005 ppm.

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Filed of the Invention] The present invention relates to a silicon sintered body, and a wafer holding board, a sputtering target and a silicon wafer, formed by use of this silicon sintered body, especially, relates to a silicon sintered body having a high density, a high strength and an excellent processability, and a wafer holding board and a sputtering target, which can be manufactured at low cost in high raw material yields by use of this silicon sintered body.

[0018] Namely, a silicon sintered body according to the present invention is formed by compression-molding silicon powders heated within the temperature range of from not less than 1200°C to less than a melting point of the silicon at a reduced pressure, and by subsequently sintering the molded product, characterized in that a crystal particle size of the silicon sintered body is set to be not more than 100  $\mu\text{m}$ .

[0027] Furthermore, an applied-pressure at the time of compression-molding is 150 to 50 kg/cm<sup>2</sup>. Then, the conditions of sufficient sintering time and sintering temperature in sintering operation are respectively 1200 to 1400 °C and 1 to 5 hours as well as the conditions of the heating operation. Then, a silicon sintered body having higher quality can be effectively manufactured by continuously implementing the above-described heating operation, compression-molding operation and sintering operation by use of a general hot press device, without extracting raw material silicon powders outside the apparatus system.

[0034] Example 1

First of all, member-scaps of a high-purity polysilicon block after cutting out a Si wafer used for forming LSI were charged into a mill applied with high-purity silicon on the inner surface thereof. Then, when the mill was rotated, the member-scaps of the polysilicon block clashed with one another, or the member-scaps clashed with the applied Si. As a result, the member-scaps were smashed, thereby preparing high-purity silicon powders each having an average particle size of 5  $\mu\text{m}$ .

[0035] Next, a mold made of graphite, which was applied with mold release agent, in a hot press device, was filled with the prepared silicon powders. Also, after a degree of vacuum of an atmosphere was adjusted to 10<sup>-4</sup> Torr, a heating process was implemented for 4 hours at the temperature of 1320 °C so as to remove oxygen and impurities. After that, a pressure of 250 kg/cm<sup>2</sup> was applied. At the same time, the silicon powders were sintered at the temperature of 1320 °C for 4 hours, thereby forming a large number of silicon sintered bodies of Example 1.

[0069]

[Effect of the Invention]

As described above, according to a silicon sintered body according to the present invention, a sintered body having a high strength can be obtained owing to decrease in oxygen which blocks sintering process during heating process and in impurities which cause contamination. Furthermore, fewer occurrences of anisotropy, and excellent processability can be achieved because of a smaller crystal particle size of the silicon and random crystal orientations.

[0070] Therefore, when a wafer holding board, a sputtering target or a silicon wafer is formed from such this silicon sintered body, processing yields can be drastically improved without causing any cracks or chipping at the time of machining processing. Furthermore, the silicon sintered body can be formed in a shape close to a final shape of a product for use. Therefore, material yields also can be drastically improved.

[Brief Description of the Drawings]

[Fig.1] A perspective view showing a constitution example of a horizontal-type wafer holding board; and

[Fig.2] A perspective view of showing a constitution example of a vertical-type wafer holding board.

[Description of Numerals]

- 1, 1a wafer holding board
- 2 semiconductor wafer (silicon wafer)
- 3 supporting rod
- 4 supporting board
- 5 holding groove
- 6 closed-end cylinder
- 7 wafer supporting member
- 8 protrusion
- 9 reaction gas introducing hole
- 10 supporting column